

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2003 年1 月16 日 (16.01.2003)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 03/003990 A1

- (51) 国際特許分類: A61K 7/00, 7/02, C09D 5/06 (72) 発明者; および  
(21) 国際出願番号: PCT/JP02/06859 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 佐藤 知子  
(22) 国際出願日: 2002 年7 月5 日 (05.07.2002) (SATO, Tomoko) [JP/JP]; 〒224-8558 神奈川県 横浜  
(25) 国際出願の言語: 日本語 市都筑区 早瀬 2-2-1 株式会社資生堂 リサーチ  
(26) 国際公開の言語: 日本語 センター (新横浜) 内 Kanagawa (JP). 金丸 哲也  
(30) 優先権データ: (KANEMARU, Tetsuya) [JP/JP]; 〒224-8558 神奈川県  
特願2001-204362 2001 年7 月5 日 (05.07.2001) JP 横浜市都筑区 早瀬 2-2-1 株式会社資生堂 リサー  
特願2001-204363 2001 年7 月5 日 (05.07.2001) JP チセンター (新横浜) 内 Kanagawa (JP). 松崎 文昭  
特願2001-204364 2001 年7 月5 日 (05.07.2001) JP (MATSUZAKI, Fumiaki) [JP/JP]; 〒224-8558 神奈川県  
特願2002-078689 2002 年3 月20 日 (20.03.2002) JP 横浜市都筑区 早瀬 2-2-1 株式会社資生堂 リサー  
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式 チセンター (新横浜) 内 Kanagawa (JP). 梁木 利男  
会社資生堂 (SHISEIDO COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒 (YANAKI, Toshio) [JP/JP]; 〒224-8558 神奈川県 横浜  
104-8010 東京都 中央区 銀座 7 丁目 5 番 5 号 Tokyo 市都筑区 早瀬 2-2-1 株式会社資生堂 リサーチセ  
(JP). ンター (新横浜) 内 Kanagawa (JP).  
(74) 代理人: 石田 敬, 外 (ISHIDA, Takashi et al.); 〒105-  
8423 東京都 港区 虎ノ門 三丁目 5 番 1 号 虎ノ門 3 7 森  
ビル 青和特許法律事務所 Tokyo (JP).  
(81) 指定国 (国内): CN, KR, US.

[続葉有]

(54) Title: POWDERY COMPOSITION

(54) 発明の名称: 粉末状組成物

(57) Abstract: A powdery composition, e.g., a powdery cosmetic preparation or powdery paint, which contains (a) fluorinated particles (or particles which have undergone a treatment with a metal, followed by fluorination) and (b) an oily ingredient having a surface tension (average) of  $2.0 \times 10^{-2}$  N/m or higher and contains substantially no water, and which liquefies upon application with rubbing. This composition has the following excellent properties. When it is applied with rubbing, it liquefies to give a film which is free from oil oozing and gives an excellent use feeling free from tackiness. The composition applied can inhibit the skin from becoming dry. The composition does not adhere to the container although it is an oil-rich preparation.

(57) 要約:

(a) フッ素処理粉末 (又は金属処理した後にフッ素処理した粉末) と (b) 表面張力値 (平均)  $2.0 \times 10^{-2}$  N/m 以上の油性成分を含み、かつ実質的に水を含まない、塗擦により液化する、粉末状化粧料、粉末状絵具などの粉末状組成物で、この組成物は使用時に塗擦すると液化して、油分のしみだし、べたつき感がなくきわめて良好な使用感及び皮膚のかさつきを抑制することができると共に、油分リッチな製剤でありながら容器へ付着しない優れた粉末状組成物である。



WO 03/003990 A1



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

## 明 細 書

### 粉末状組成物

#### 技術分野

本発明は、油滴状の油性成分の表面をフッ素処理粉末で均一被覆した、粉末状形態でありながら使用時に塗擦すると液化する粉末状組成物（ドライオイル）に関する。この粉末状組成物は、化粧品分野では粉末状化粧料として用いられ、また、インク・印刷業界では粉末状油性絵具等として用いられる。特に粉末状化粧料としては、べたつき感がなく、皮膚のかさつきを抑制することができ、しかも油分リッチな製剤でありながら容器へ油分や汚れ等の付着を有効に防止し得るとともに、みずみずしい感触が付与される、新しいタイプの粉末状化粧料に関する。本発明は更に界面活性剤、防腐剤、水等を実質的に含まず、あるいは含んでいても少量で済み、べたつき感がなく、皮膚のかさつきを抑制することができ、しかも油分リッチな製剤でありながら容器へ油分や汚れ等の付着を有効に防止し得るとともに、光、酸素、水等の存在下で容易に分解されたり、匂い劣化や変色等を起こしやすい不安定な成分を配合した場合でも、これら成分を安定に配合することができ、そのような成分の機能を十分に発揮し得る、新しいタイプの粉末状化粧料に関する。

#### 背景技術

近年、化粧品業界においては、消費者の安心安全嗜好が高まり、防腐剤などの添加剤を含まない化粧料が人気を集めている。それらの化粧品の1つとして、例えばバージンオリーブオイルやラベンダー油など、油分そのものを直接肌に塗布するような製品も上市され

ている。このような製品は、皮膚のかさつきを抑える効果が高い反面、通常べたつきやぬるつきが感じられ、使用感触の良好な製剤とはいえない。またこういった油分リッチな製剤を収容した容器は、使用するうちに容器外側に油分が付着し、それに伴い容器への汚れの付着度合いが著しいという不具合があった。さらに、消費者の嗜好の多様化により、油分リッチな製剤においても、みずみずしさなどの新たな感触の付与が望まれている。

更に、界面活性を含まず、そして一般に化粧品には、薬剤など種々の有効成分が配合されているが、この有効成分が、光、酸素、水等の存在下で容易に分解、変質するなど不安定で製品の物性に悪影響を及ぼしたりするような場合、その配合は、化粧料の剤型のみならず、容器形態、保存条件、取り扱い等において種々の制約を受ける。したがって、これら不安定成分を安定して配合することができる製剤が要望されている。

## 発明の開示

本発明は上記事情に鑑みてなされたもので、防腐剤などの添加剤を含む必要がなく、油分リッチで肌のかさつきを抑える効果が高い製剤でありながら、肌に塗布する際、べたつきのない使用性に優れた化粧品であり、かつ、長期間連用しても収容容器に油分が付着せず使い勝手が良好な粉末状化粧品等に好適に適用される粉末状組成物を提供することを目的とする。

本発明は、また、油分リッチで肌のかさつきを抑える効果が高い製剤でありながら、肌に塗布する際、みずみずしい感触が付与されるとともに、べたつきがない使用性に優れた化粧品であり、かつ、長期間連用しても収容容器に油分が付着せず使い勝手が良好な粉末状化粧品を提供することを目的とする。

本発明は、更に、界面活性剤、防腐剤、水等を含まず、あるいは含んだとしても少量で済み、油分リッチで肌のかさつきを抑える効果が高い製剤でありながら、肌に塗布する際、べたつきのない使用性に優れた化粧料であり、かつ、長期間連用しても収容容器に油分が付着せず使い勝手が良好であるとともに、さらに、光、酸素、水等の存在下で容易に分解、変質するなど不安定な成分を配合した場合でもこれら成分を安定に配合し、それらの機能を十分に発揮し得る、塗擦により液化する粉末状化粧料を提供することを目的とする。

本発明に従えば、（a）フッ素処理粉末と（b）表面張力値（平均） $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ 以上の油性成分を含み、かつ実質的に水を含まない、塗擦により液化する粉末状組成物が提供される。

本発明に従えば、また、（a）成分が粘土鉱物表面をフッ素処理したフッ素処理粉末である上記粉末状組成物が提供される。

本発明に従えば、更に、（a）成分が、粘土鉱物表面を金属水酸化物又は金属塩の水和物、一部脱水物及び無水物の中から選ばれる少なくとも1種のゲルで表面処理した後に、フッ素処理したフッ素処理粉末である上記粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、更に、粘土鉱物がタルク、カオリン、無水ケイ酸、サポナイト、セリサイト、マイカ及び窒化ホウ素の中から選ばれる1種又はそれ以上の物質である上記粉末状組成物が提供される。

本発明に従えば、更に、（a）成分：（b）成分＝1：9～4：1（質量比）である上記粉末状組成物が提供される。

本発明に従った前記粉末状組成物は粉末状化粧料又は粉末状絵具として使用することができる。

本発明の第二の態様に従えば、（a）フッ素処理粉末と（b）油

中水型乳化組成物の少なくとも１種を含有し、塗擦により液化する粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、また、（a）成分が、粘土鉱物表面をフッ素処理したフッ素処理粉末である、上記粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、更に、（b）成分を構成する外相（油相）の表面張力値（平均）が  $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  以上である上記粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、更に、（a）成分：（b）成分＝１：９～４：１（重量比）である上記粉末状化粧料が提供される。

本発明の第三の態様に従えば、（a）フッ素処理粉末と（b）表面張力値（平均）  $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  以上の油性成分と（c）光、酸素、水のいずれかの存在下で不安定な成分とを含有し、塗擦により液化する粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、また、（a）成分が、粘土鉱物表面をフッ素処理したフッ素処理粉末である上記粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、更に、（c）成分が、美白剤、抗炎症剤、保湿剤、血行促進剤・育毛剤、抗菌剤、ホルモン剤、ビタミン類、酸素、抗酸化剤、動植物抽出物の中から選ばれる１種又はそれ以上である上記粉末状化粧料が提供される。

本発明に従えば、更に、（c）成分を 0.001～10 重量％含有する上記粉末状化粧料が提供される。

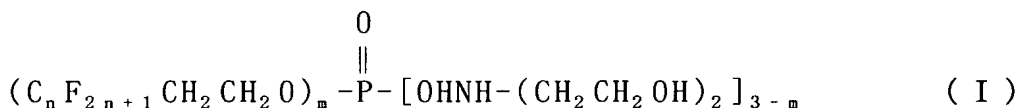
#### 発明を実施するための形態

以下、本発明について詳述する。なお、本明細書及び請求の範囲において、単数形の表現は前後の文脈から明らかな場合を除き、単数又は複数形を意味するものとする。

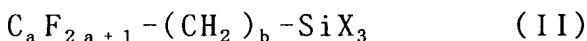
本発明に用いられる（a）成分としてのフッ素処理粉末は、粉末

表面にフッ素基を付与して撥水性・撥油性をもたせるようにしたものや、粉末自身がフッ素基を有して撥水性・撥油性をもつものなどを広く包含する。具体的には、(i) フッ素基を有する分子で粉末表面の一部～全部を処理した処理粉末、(ii) フッ素基を含む高分子粉末、等が例示されるが、これら例示に限定されるものでない。

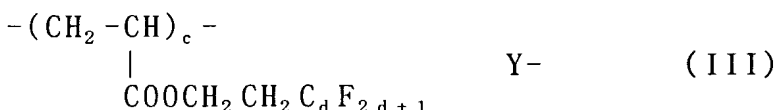
上記(i)において、フッ素基を有する分子としては、特に限定されるものでないが、例えば、下記式(I)で表されるペルフルオロアルキルリン酸エステル・ジエタノールアミン塩、下記式(II)で表されるペルフルオロアルキルシラン、下記式(III)で表されるペルフルオロアルキルエチルアクリレート等のフッ素化合物が挙げられる。



(式中、nは5～20の整数を示し、mは1又は2を示す)



(式中、aは1～12の整数を示し、bは1～5の整数を示し、Xはハロゲン原子、アルキル基又はアルコキシ基を示す)



(式中、cは1～12の整数を示し、dは5～20の整数を示し、Yはポリエチレングリコールやシリコーン鎖、アクリル基等を含むアルキル共重合体を示す)

また、ペルフルオロポリエーテルジアルキルリン酸及びその塩、ペルフルオロポリエーテルジアルキル硫酸塩及びその塩、ペルフルオロポリエーテルジアルキルカルボン酸及びその塩等に代表されるペルフルオロポリエーテル基を有するフッ素化合物も用いることができる。ここで「ペルフルオロポリエーテル基」とは、ペルフルオロ

アルキレン又はペルフルオロアルキルと結合している酸素原子が少なくとも2以上有する基を意味し、分子量が300～7000程度のものが撥油性・撥水性の点から好ましい。

フッ素化処理の方法は、特に限定されるものでないが、例えば次のような方法が挙げられる。すなわち、被処理粉末の水分散液に、フッ素化合物水溶液を徐々に添加した後、塩酸水溶液を加えて酸性に調整し、2時間程度熟成した後、濾過、乾燥、粉碎して、フッ素処理粉末を得る。

なお、粉末表面にフッ素基を付与して撥水性・撥油性をもたせるよう表面処理がされていれば、本発明効果を損わない範囲において、その他の非フッ素基、例えばアルキル基やシリコーン基、親水基をさらに付加するような処理が施されていてもよい。

本発明では、上記フッ素処理を施す前に、金属水酸化物又は金属塩の水和物、一部脱水物及び無水物の中から選ばれる少なくとも1種のゲルで粉末表面に処理を施しておいてもよい。このように金属処理した後に、フッ素処理することにより、フッ素化合物の被覆形成を安定に、効率よく進行させ、撥水性・撥油性により優れたフッ素処理粉末を製造することができる。また、金属処理後フッ素化処理した粉末を用いた場合、衝撃安定性（耐衝撃性）が著しく高められる。また肌などへの密着性向上効果にも優れる。

上記金属水酸化物又は金属塩は、マグネシウム、アルミニウム、ケイ素、チタン、亜鉛、ジルコニウム、バリウムの中から選ばれる1種又はそれ以上の金属の水酸化物又は塩が好ましい。

粉末表面への金属処理は、例えば、粉末に水を加えてスラリー状とし、ここに、上記各金属のイオン性の強い水溶性化合物、例えば塩化アルミニウム、アルミン酸ナトリウム、硫酸アルミニウム、ケイ酸ナトリウム、塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、塩化バリ



ウム、塩化ジルコニウム、四塩化チタン、水溶性有機チタン、硫酸チタニル、塩化亜鉛、硫酸亜鉛等の水溶液を添加し、粉末表面にこれらの化合物を吸着させておく。次いで酸又はアルカリ溶液を加えて、粉末表面に吸着しているこれらの化合物を加水分解又は置換反応を起こさせ、上記金属水酸化物又は金属塩の水和物、一部脱水物、無水物を生成させる。

次いで、上記の、表面を金属処理した粉末に、フッ素化合物に水を加えてエマルジョン状態にしたものを徐々に加え、酸又は高温静置によってエマルジョンを破壊することにより、上記金属水酸化物又は金属塩の水和物、一部脱水物、無水物によって被覆された粉末をさらにフッ素化合物で被覆することができる。

粉末を被覆する上記金属水酸化物又は金属塩の水和物、一部脱水物、無水物は少ないほど好ましく、粉末に対して、これらを生成させる金属化合物量として1～30質量%が好ましい。1質量%未満では金属処理による効果を十分に奏することが難しく、一方、30質量%超では嵩高くなり粉末本来の機能が阻害される傾向がみられる。

フッ素処理に用いられるフッ素化合物もまた粉末に対して1～30質量%が好ましい。1質量%未満ではフッ素化合物の被覆形成が不十分で撥水性・撥油性を発現させるのが難しく、一方、30質量%超では嵩高くなり粉末本来の機能が阻害される傾向がみられる。

被処理粉末としては、特に限定されるものでなく、種々の無機粉末や、ナイロン、ポリエチレン、ポリプロピレン、シリコーン等のプラスチック粉末等の任意の粉末を用いることができる。中でも、特に粉末状化粧料としては、使用性の向上（きしみ感のなさ、皮膚のかさつきのなさ等）の点から、粘土鉱物粉末が好ましく用いられる。粘土鉱物粉末は天然、合成のいずれのものも任意に用いること

ができる。粘土鉱物粉末としては、タルク（含水ケイ酸マグネシウム； $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）、カオリン（含水ケイ酸アルミニウム； $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）、無水ケイ酸（ $\text{SiO}_2$ ）、サポナイト（含水ケイ酸アルミニウムマグネシウム； $\text{SiO}_2$ ， $\text{Al}_2\text{O}_3$ ， $\text{MgO}$ 、水の混合物）、セリサイト（微結晶含水ケイ酸アルミニウムカリウム； $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）、マイカ（含水ケイ酸アルミニウムカリウム； $\text{KAl}_2 \cdot \text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ）、窒化ホウ素（BN）等が好ましく用いられる。これら粘土鉱物を用いることにより、粉末状形態を維持しつつ、後述する（b）成分をより高配合することができ、使用性（きしみ感のなさ、皮膚のかさつきのなさ等）のより一層の向上を図ることができる。

なお、被処理粉末成分として、例えば粘土鉱物を酸化チタン等でコーティングした酸化チタンセリサイト等に例示される複合顔料も用いることができる。

被処理粉末の形状については、特に限定されるものでなく、板状、球状、多孔質状等の任意の形状のものを用いることができる。中でも、少ない粉末量で油分を効率よく粉末状化することができるという点から板状のものが好ましく用いられる。

また、上記（ii）に示す粉末自体がフッ素基を含有する高分子粉末としては、例えばポリテトラフルオロエチレン粉末等が挙げられる。

なお、本発明の粉末状組成物には、上記（a）成分に加えて、本発明の効果を損わない範囲において、粉末成分として、フッ素処理を施していない粉末や、薬剤等を粉末のまま配合してもよい。

本発明の第二の態様の（b）成分は、油相（外相）と水相（内相）とを乳化してなる油中水型（W/O）乳化組成物の1種又はそれ

以上である。

(b) 成分は、1種又はそれ以上の油性成分からなるが、その表面張力値(平均)は $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ 以上(対大気)、好ましくは $2.1 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ 以上である。(b)成分の表面張力値(平均)が $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ 未満では、(b)成分が粉末に容易に濡れるために、(b)成分を良好な粉末状形態とすることができない。

なお、ここで「(b)成分の表面張力値(平均)」とは、液状をなす(b)成分全体としての表面張力値をいう。(b)成分全体としての表面張力値が上記範囲を満足する限りにおいて、(b)成分の構成成分としての各油性成分が表面張力値 $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ 未満のものであっても用いることができる。従って、(b)成分には、固形、半固形、液状等、任意の性状の油性成分を含み得る。また(b)成分は均一溶解系のみならず、油分中に油分が分散する分散系も含む。

(b)成分としては、好ましくは、例えば流動パラフィン、オゾケライト、スクワレン、プリスタン、パラフィン、セレシン、スクワラン、ワセリン等の炭化水素油、液状ラノリン、ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、酢酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアレン酸イソセチル、1,2-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジ-2-エチルヘキシル酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-ヘプチ

ルウンデカン酸グリセリン、トリ－２－エチルヘキシル酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ－２－エチルヘキシル酸ペンタエリスリトール、トリ－２－エチルヘキシル酸グリセリン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、セチル－２－エチルヘキサノエート、２－エチルヘキシルパルミテート、トリミリスチン酸グリセリン、トリ－２－ヘプチルウンデカン酸グリセライド、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸、アセトグリセライド、パルミチン酸－２－ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソプロピル、N－ラウロイル－L－グルタミン酸－２－オクチルドデシルエステル、アジピン酸ジ－２－ヘプチルウンデシル、エチルラウレート、セパチン酸ジ－２－エチルヘキシル、ミリスチン酸－２－ヘキシルデシル、パルミチン酸－２－ヘキシルデシル、アジピン酸－２－ヘキシルデシル、セバチル酸ジイソプロピル、コハク酸－２－エチルヘキシル、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミル、クエン酸トリエチル等の極性油分や、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、オレイルアルコール、セトステアリルアルコール等の高級アルコール類、ホホバ油、オリブオイル、ナッツ油、ベニバナ油、大豆油等の植物油等が挙げられる。これらの中でも、特に好ましくは、表面張力値が比較的大きい流動パラフィンや、ホホバ油等の植物性油分である。

表面張力値の小さいジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン等の鎖状シリコーン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン等の環状シリコーン等のシリコーン油、「フォンブリン」シリーズ（AUSIMONT社製）に代表される炭化フッ素油、リモネン等の香料も、（b）成分全体としての表面張力値（平均）が  $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  以上

となる範囲において、少量であれば用いることができる。これら表面張力値の小さいシリコン油や炭化フッ素油を大量に配合した場合、表面張力値が小さくなりすぎ、油性成分を十分に粉末状化できないことがある。表面張力値の測定はペンダントドロップ法など公知の方法により行うことができる。

また、パーム硬化油、硬化ヒマシ油、ワセリン等の半固形状の油性成分や、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、カルナバロウ、キャンドリアロウなどの固形油分も、(b)成分全体としての表面張力値が上記範囲を満足する範囲において用いることができる。

特に粉末状化粧料の場合、(b)成分は、肌上で溶解するように、融点が37℃程度以下の油性成分が好ましいが、少量であればワックスやロウなどの固形油分を配合することもできる。

なお、本発明の効果を損わない範囲内で、ビタミンA等の油溶性ビタミン及びその誘導体、ステロール類、天然及び合成の香料、紫外線吸収剤や水に難溶性の物質を油性成分中に配合してもよい。

本発明において、(a)成分の配合量は、組成物全量中に10～80質量％程度が好ましく、特には20～70質量％程度である。配合量が少なすぎると(b)成分である油性成分を十分に粉末状化することができず、意図する粉末状形態を得ることができなくなるおそれがあり、一方、配合量が多すぎると、使用時塗擦しても液化が困難となり、官能上好ましくない。

また、(a)成分以外の粉末成分を含む場合、全粉末成分に対する(a)成分の配合割合は50～100質量％が好ましい。

(b)成分の配合量は、本発明の粉末状組成物に含まれる他の必須成分、任意添加成分の総配合量の残量分配合することができるが、本発明では、20～90質量％が好ましい。(b)成分の配合量

が少なすぎると塗擦したときに液化が困難で官能上好ましくなく、一方、配合量が多すぎると粉末状化が難しくなる。本発明では特に、（a）成分の粉末成分として粘土鉱物を用いた場合、粉末状形態を維持しつつ、（b）成分をより高配合することができ、特に粉末状化粧料の場合、きしみ感、べたつき感、かさつき感を抑えた、優れた使用性を得ることができた。

本発明では、（a）成分：（b）成分＝1：9～4：1（質量比）が好ましく、更に好ましくは1：5～3：1である。

本発明の粉末状組成物には、特に粉末状化粧料の場合、上記成分以外に、通常の化粧料に用いられる各種の任意成分、例えば香料、各種粉末、油溶性薬剤成分等を、本発明の効果を妨げない範囲で配合することができる。

本発明の粉末状組成物は、実質的に水を含まず、特に粉末状化粧料として用いる場合、防腐剤等の添加成分を配合しない製剤化が可能であり、近年の化粧品業界における消費者の安心安全嗜好に対応した製品化が可能である。

また本発明の粉末状組成物は、界面活性剤を配合しない製剤化を行うことができる。ただし、粉末状部分用メイク落としなど、化粧料の用途に応じて、界面活性剤を適宜配合することも可能である。界面活性剤を添加成分として配合した粉末状メイク落としは、メイク落ち効果が高く、垂れ落ちることがなく使用勝手がよく、また水での洗い流しも可能である。粉末状部分用メイク落としに界面活性剤を用いる場合、界面活性剤の配合量は（b）成分に対し0.1～40質量％程度が好ましい。界面活性剤を配合する場合、（b）成分中に他の油分とともに配合するのが好ましい。界面活性剤としてはノニオン界面活性剤、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤のいずれも配合可能である。界面活性剤の種類としては親水性、親油

性のいずれでもかまわない。油相に溶解しない性質の界面活性剤をエマルジョンや固形粉末の形で油相中に分散し、配合することも可能である。

本発明の粉末状組成物は、(b)成分の周囲に(a)成分が吸着し、(a)成分により(b)成分を粉末状化したものであり、塗擦により力を加えると、この吸着状態が破壊され、粉末状化されていた(b)成分がにじみ出て液化するとともに(b)成分の使用感触および有効性が発揮されるものである。

本発明の粉末状組成物は、(b)成分の周囲に(a)成分が吸着し、(a)成分により(b)成分を粉末状化するものであれば、特にその製造方法は限定されるものでない。例えば(b)成分、あるいはここにさらに任意添加成分を溶解したものに(a)成分を添加、混合する、等の製造方法が挙げられるが、これら例示に限定されるものではない。

本発明の第二の態様においては、(b)成分の乳化には、親油性界面活性剤が用いられる。親油性界面活性剤としては、モノオレイン酸ソルビタン、モノイソステアリン酸ソルビタン、モノパルミチン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン、トリオレイン酸ソルビタン、ペンター２－エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン等のソルビタン脂肪酸エステル類、モノエルカ酸グリセリン、セスキオレイン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリン、モノステアリン酸ジグリセリン、モノステアリン酸グリセリンリンゴ酸等のグリセリン、またはポリグリセリン脂肪酸類、ショ糖ポリエルカ酸エステル、ショ糖ポリオレイン酸エステル、ショ糖ポリイソステアリン酸エステル等の親油性ショ糖脂肪酸エステル、モノステアリン酸プロピレングリコール等のプロピレングリコール脂肪酸エステル類、硬化ヒマシ油誘導体類、グリセリンアルキルエーテル類、ポリ

エーテル変性シリコーン類等が例示される。

なお、本発明効果を損わない範囲内で、ビタミンA等の油溶性ビタミンおよびその誘導体、ステロール類、天然および合成の香料、紫外線吸収剤や水に難溶性の物質等を油性成分中に配合してもよい。

(b) 成分の水相（内相）には、一般に化粧品に用いられ得る水性成分であれば特に限定されるものでなく、例えば精製水等の水、水溶性高分子等が好ましく用いられる。

水溶性高分子としては、例えば天然の水溶性高分子、半合成の水溶性高分子、合成の水溶性高分子、無機の水溶性高分子等が挙げられる。

天然の水溶性高分子としては、例えばアラビアガム、トラガカントガム、ガラクタン、グアガム、ローカストビンガム、キャロブガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、マンナン、カンテン、クインスシード（マルメロ）、アルゲコロイド（カッソウエキス）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、グリチルリチン酸等の植物系水溶性高分子；キサンタンガム、ヒアルロン酸、デキストラン、サクシノグルカン、カードラン、プルラン等の微生物系水溶性高分子；コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系水溶性高分子等が挙げられる。

半合成の水溶性高分子としては、例えばカルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系水溶性高分子；メチルセルロース、ニトロセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム（CMC）、結晶セルロース、セルロース末等のセルロース系水溶性高分子；アルギン酸ナトリ



ウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系水溶性高分子等が挙げられる。

合成の水溶性高分子としては、例えばポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー（商品名「カーボポール」）等のビニル系水溶性高分子；ポリエチレングリコール（分子量20,000、600,000、4,000,000）等のポリオキシエチレン系水溶性高分子；ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系水溶性高分子；ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系水溶性高分子；ポリエチレンイミン、カチオンポリマー等が挙げられる。

無機の水溶性高分子としては、例えばベントナイト、ケイ酸A 1 M g（商品名「ビーガム」）、ラポナイト、ヘクトライト等が挙げられる。

水相には、さらに保湿剤、キレート剤、植物抽出液、アルコール、p H調整剤、防腐剤、無機・有機塩類のほか、各種薬剤等を配合することができる。

保湿剤としては1，3－ブチレングリコール、グリセリン等の多価アルコールや、マビット、ソルビット等の多糖類、分子量10000以下のポリエチレングリコール、コンドロイチン硫酸、ヒアルロン酸、ムコイチン硫酸、カロニン酸、アテロコラーゲン、コレステリル－12－ヒドロキシステアレート、胆汁酸モノ塩、dl－ピロリドンカルボン酸モノ塩等が例示される。

キレート剤としては、メタリン酸塩、エデト酸塩等が例示される。

植物抽出液としては、西洋ノコギリソウ抽出液、アロエ抽出液、イサヨイバラ抽出液、ハマメリス抽出液、各種ハーブ抽出液等が例

示される。

(b) 成分のW/O乳化組成物は、常法により調製することができ、乳化の方法は特に限定されるものでない。例えば、油相と水相を、それぞれ70℃程度に加温し、加温した水相を油相に徐々に添加して、乳化機で乳化し、その後、室温まで放冷する等の方法が挙げられるが、これに限定されるものでない。

本発明では、(b) 成分として油中水型乳化組成物を用いることにより、(b) 成分が油性成分のみの場合に比べ、皮膚や毛髪などに塗布した場合、清涼感があり、みずみずしい感触が付与できる。また、植物抽出液等の水溶性成分の配合が可能となる。

また(b) 成分中における水相(内相)の割合(配合比率)は、油相(外相)および水相(内相)の総質量に対し74質量%以下とするのが好ましく、特には60質量%以下である。水相(内相)の割合が74質量%超では、(b) 成分の粘度が急激に上昇し、粉末状化することができないおそれがある。

なお、(b) 成分(=W/O乳化組成物)全体の表面張力値は、上記外相(油相)の表面張力値とほぼ同一であるとしてよい。気相は親油的であるため、本発明中のW/O乳化組成物に含まれる親油性界面活性剤は、気相と油相(外相)との界面には集まらず、水相(内相)と油相(外相)との界面に集中し、(b) 成分であるW/O乳化組成物の表面張力にほとんど影響を与えないためである。

上記(a)、(b) 成分を必須成分として含有する本発明粉末状化粧品は、従来、粉末状化粧品に特有の不具合とされていたきしみ感を軽減させ、使用性の点において優れた効果が得られる。また粉末状化が良好で、塗擦時に容易に液化し、みずみずしい使用感を与える。

本発明の第三の態様では、上記(a)及び(b) 成分に加えて、

さらに（c）成分として光、酸素、水等の存在下で容易に匂い劣化や変質等を引き起こす不安定な成分を配合する。

（c）成分としての光、酸素、若しくは水存在下不安定成分は、例えば化粧品、医薬品等に薬剤等として配合され、水との接触、光、熱、酸素等に対して不安定で、そのまま化粧品に配合すると、分解、失活、変退色、変臭等を生じさせるものをいう。

このような成分としては、水溶性薬剤成分や油溶性薬剤成分が代表的なものとして挙げられ、具体的には、美白剤、抗炎症剤、保湿剤、血行促進剤・育毛剤、抗菌剤、ホルモン剤、ビタミン類、酵素、抗酸化剤、動植物抽出物などの薬剤が挙げられる。

美白剤としては、アルブチン等のハイドロキノン誘導体、コウジ酸、L-アスコルビン酸およびその誘導体、γ-オリザノール、エラグ酸、ルシノールなどが例示される。

L-アスコルビン酸は、一般にビタミンCといわれ、その強い還元作用により細胞呼吸作用、酵素賦活作用、膠原形成作用を有し、かつメラニン還元作用を有する。L-アスコルビン酸誘導体としては、例えばL-アルコルビン酸モノリン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸エステルなどのL-アスコルビン酸モノエステル類や、L-アスコルビン酸-2-グルコシドなどのL-アスコルビン酸グルコシド類、あるいはこれらの塩（L-アスコルビン酸リン酸マグネシウムなど）などが挙げられる。

抗炎症剤としては、例えばグリチルリチン酸塩（例えばグリチルリチン酸ジカリウム、グリチルリチン酸アンモニウム、等）、アラントイン、ヒノキチオール、トラネキサム酸およびその誘導体などが挙げられる。前記トラネキサム酸誘導体としては、トラネキサム酸の二量体〔例えば、塩酸トランス-4-（トランス-アミノメチルシクロヘキサンカルボニル）アミノメチルシクロヘキサンカルボ

ン酸、等〕、トラネキサム酸とヒドロキノンのエステル体（例えば、トランスー４ーアミノメチルシクロヘキサンカルボン酸４’ーヒドロキシフェニルエステル、等）、トラネキサム酸とゲンチシン酸のエステル体〔例えば、２ー（トランスー４ーアミノメチルシクロヘキシルカルボニルオキシ）ー５ーヒドロキシ安息香酸およびその塩、等〕、トラネキサム酸のアミド体〔例えば、トランスー４ーアミノメチルシクロヘキサンカルボン酸メチルアミドおよびその塩、トランスー４ー（Ｐーメトキシベンゾイル）アミノメチルシクロヘキサンカルボン酸およびその塩、トランスー４ーグアニジノメチルシクロヘキサンカルボン酸およびその塩、等〕などが挙げられる。

保湿剤としては、例えばセラミド及びその誘導体、アミノ酸塩、尿素、リノール酸、リノレン酸、トリメチルグリシンなどが挙げられる。

血行促進剤・育毛剤としては、例えばカプサイシン、カフェイン、アセチルコリン、タンニン酸、ミノキシジルなどが挙げられる。

抗菌剤としては、例えばレゾルシン、イオウ、サリチル酸、塩化ベンザルコニウムなどが挙げられる。

ホルモン剤としては、例えばオキシトシン、コルチコトロピン、バソプレッシン、セクレチン、ガストリン、カルシトニン、エストラジオールおよびそのエステル、コルチゾン及びそのエステルなどが挙げられる。

ビタミン類としては、例えばビタミンA及びその誘導体、ビタミンB<sub>6</sub>、ビタミンB<sub>6</sub>塩酸塩等のビタミンB<sub>6</sub>誘導体、ビタミンB<sub>12</sub>類及びその誘導体、ニコチン酸、ニコチン酸アミド等のニコチン酸誘導体、ビタミンD及びその誘導体、ビタミンE及びその誘導体、ビタミンH及びその誘導体、パントテニールエチルエーテルなど

が挙げられる。

酵素としては、例えばトリプシン、塩化リゾチーム、キモトリプシン、セミアルカリプロテナーゼ、セラペプターゼ、リパーゼ、ヒアルロニダーゼなどが挙げられる。

抗酸化剤としては、チオタウリン、グルタチオン、カテキン、アルブミン、フェリチン、メタロチオネインなどが挙げられる。

動植物抽出物としては、茶エキス、イザヨイバラエキス、オウゴンエキス、ドクダミエキス、オウバクエキス、メリロートエキス、オドリコソウエキス、カンゾウエキス、シャクヤクエキス、サボンソウエキス、ヘチマエキス、キナエキス、ユキノシタエキス、クララエキス、コウホネエキス、ウイキョウエキス、サクラソウエキス、バラエキス、ジオウエキス、レモンエキス、シコンエキス、アロエエキス、ショウブ根エキス、ユーカリエクス、スギナエキス、セージエキス、タイムエキス、海藻エキス、キューカンバエキス、チョウジエキス、キイチゴエキス、メリッサエキス、ニンジンエキス、マロニエエキス、モモエキス、桃葉エキス、クワエキス、ヤグルマギクエキス、ハマメリスエキス、カンゾウエキス、イチョウエキス、イチヤクエキスなどの植物抽出物や、プラセンタエキス、コラーゲンなどの動物抽出物などが挙げられる。

本発明では、(a)成分が(b)成分(油滴)の周囲を被覆しているため、(c)成分が油溶性薬剤の場合、油滴のみの状態の場合よりもより効果的に光を遮断することができる。

また本発明は、水を実質的に含まない系であるため、(c)成分が水溶性薬剤の場合、水溶液ではなく粉末の形で配合する。このため(c)成分がラジカルの影響を受けず、特に安定性を飛躍的に向上させることができる。

なお、(a)成分が(b)成分の周囲を被覆していることにより

、（b）成分への酸素の透過も若干抑制されるが、上記（a）成分の被覆は、微視的にみれば、酸素に対して完全に遮断し得るわけではないので、酸素に対して不安定な薬剤の安定化は、光、水に対して不安定な薬剤の安定化に比べると、その安定化効果の程度は若干低めではあるが、実用的には何ら問題がない程度であり、本発明の所期の効果を十分に奏することができる。

（c）成分が油溶性成分の場合、（b）成分に溶解させて配合する。また（c）成分が水溶性成分の場合、（b）成分中に分散、又は（a）成分中に分散させる形で配合する。生薬は溶媒（エタノール等）抽出して油分中に配合するか、植物体を粉末状にして配合する。

（c）成分の配合量は、そこに含まれる有効成分の効果が十分に発揮し得る程度配合されていればよく、特に限定されるものでないが、粉末状化粧品全量中に0.001～10重量%程度が好ましく、より好ましくは0.005～7重量%程度である。配合量が少なすぎると、有効成分たる（c）成分の機能を十分に発揮することが難しく、一方、配合量が必要以上に多すぎても、配合量の増加に見合った効果の増強を見込むことが困難となる。本発明粉末状化粧品では、不安定成分である（c）成分を配合した場合でも、これら成分の安定化を図ることができ、それらの機能を十分に発揮し得る。

本発明の粉末状化粧品には、上記成分以外に、通常化粧品に用いられる各種の任意成分、例えば保湿剤、界面活性剤、香料、各種粉末のほか、エタノール等の各種溶媒を、本発明の効果を妨げない範囲で配合することができる。

本発明化粧品は、粉末状の化粧品であるが、塗擦により液化するものであり、べたつき感がなく、皮膚のかさつきを抑制することができ、しかも油分リッチな製剤でありながら容器へ油分や汚れ等の

付着を有効に防止し得るとともに、さらに、光、酸素、水等の存在下で容易に分解、変質するなど不安定な成分を配合した場合でもこれら成分を安定に保持することができる。

本発明の粉末状化粧料は、(b)成分、さらには(c)成分の周囲に(a)成分が吸着し、(a)成分により(b)成分、さらには(c)成分を粉末状化したものであり、塗擦により力を加えると、この吸着状態が破壊され、粉末状化されていた(b)、(c)成分がにじみ出て液化するとともに、(b)成分の使用感触の向上、及び(c)成分の有効性が発揮されるものである。

本発明の粉末状化粧料は、(b)成分、さらには(c)成分の周囲に(a)成分を吸着させ、(a)成分により(b)成分、(c)成分を粉末状化させるものであれば特にその製造方法は限定されるものでない。例えば、(b)成分、あるいはここにさらに(c)成分を溶解したものに(a)成分を添加、混合する等の製造方法が挙げられるが、これらの例示に限定されるものではない。

なお、本発明の組成物を粉末状絵具に適用した場合、例えば油性成分として油性染料を用い、これをフッ素処理粉末で均一に被覆することによって、該粉末状形態の絵具を筆などで壁、紙等に塗擦するだけで簡便にペイントすることができる等の利点がある。

#### 実施例

以下、本発明を実施例に基づきさらに詳細に説明するが、本発明を以下の実施例に限定するものでないことはいうまでもない。なお、配合量は特にことわらない限りすべて質量%で示す。

実施例に先立ち、本発明で用いた試験法及び評価法を説明する。

#### 使用性（きしみ感のなさ）

各実施例品、比較例品の使用性（きしみ感のなさ）をパネル（50名）の実使用試験によって下記基準により判定、評価した。

判定基準

著効： きしまない

有効： わずかにきしむが、使用上問題のない程度である

やや有効： ややきしむ

無効： 著しくきしむ

評価

++： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が80%以上

＋： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が50%以上  
80%未満

±： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%以上  
50%未満

－： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%未満  
使用性（べたつき感のなさ）

各実施例品、比較例品の使用性（べたつき感のなさ）をパネル（50名）の実使用試験によって下記基準により判定、評価した。

判定基準

著効： べたつかない

有効： わずかにべたつくが、使用上問題のない程度である

やや有効： ややべたつく

無効： 著しくべたつく

評価

++： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が80%以上

＋： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が50%以上  
80%未満

±： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%以上  
50%未満

－： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%未満



使用性（みずみずしさ）

各実施例品、比較例品の使用性（みずみずしさ）をパネル（50名）の実使用試験によって下記基準により判定、評価した。

判定基準

- 著効： 非常にみずみずしい  
有効： みずみずしい  
やや有効： ややみずみずしい  
無効： みずみずしさがない

評価

- ++： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が80%以上  
+： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が50%以上  
80%未満  
±： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%以上  
50%未満  
－： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%未満

かさつき抑制効果

各実施例品、比較例品のかさつき抑制効果をパネル（50名）の実使用試験によって下記基準により判定、評価した。

判定基準

- 著効： 非常にかさつきが抑制された  
有効： ややかさつきが抑制された  
やや有効： ややかさつきが抑制されたがあまり変化ない  
無効： かさつきが悪化した

評価

- ++： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が80%以上  
+： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が50%以上  
80%未満

±： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%以上  
50%未満

－： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%未満  
薬剤（光、酸素、水等存在下不安定成分）安定性試験

各実施例品、比較例品について、50℃で2週間保存したときの不安定成分の残存量を、HPLCにより測定し、これから残存率（質量%）を調べた。

#### 容器への汚れ付着抑制効果

各実施例品、比較例品について、1ヶ月間使用した際の容器への汚れ付着度を、パネル（50名）の実使用試験によって下記基準により判定、評価した。

#### 判定基準

著効： 容器に油などの汚れは付着しなかった

有効： やや汚れが付着したが、使用上問題のない程度である

やや有効： やや汚れた

無効： 著しく汚れた

#### 評価

++： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が80%以上

＋： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が50%以上  
80%未満

±： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%以上  
50%未満

－： 著効、有効及びやや有効の評価をした被験者が30%未満  
油性成分の表面張力値

ペンダントドロップ法にて測定した。

#### 衝撃安定性（耐衝撃性）

ガラス製 20 ml サンプル管に、各実施例品を口元まで充填し、70 cm の高さからゴム板の上に 10 回落下させた後、中味の状態を目視で観察し、下記基準により評価した。

#### 評価

- ++ : 変化なし（粉末形状を保っていた）
- + : 一部ペースト状物質が管内に付着していたが全体として問題なし
- ± : ペースト状物質の付着が目立つ
- : 全体がペースト状になっていた

#### 実施例 I - 1 並びに比較例 I - 1 及び I - 2

下記表 I - 1 に示す組成で粉末状化粧料を調製した。上記試験方法により、実施例 I - 1、比較例 I - 1、I - 2 の使用性（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、容器への汚れ付着抑制効果を評価した。なお、表 I - 1 中、フッ素処理タルク<sup>(\*)</sup>は、「PF - 5 JA 46 R」（大東化成工業（株）製）を用いた。またペルフルオロポリメチルイソプロピルエーテル<sup>(\*\*)</sup>は「フオンブリン HC / O 4」（AUSIMONT 社製）を用いた。結果を表 I - 1 に示す。

表 I

配合成分	実施例 I-1	比較例 I-1	比較例 I-2
(1) フッ素処理タルク <sup>(*)</sup>	48.9	—	94.5
(2) スクワラン	50	50	5
(3) ペルフルオロポリメチル イソプロピルエーテル <sup>(**)</sup>	0.5	0.5	0.5
(4) ラベンダー油	0.05	0.05	—
(5) ビタミン E アセテート	0.05	0.05	—
(6) ジメチルシリコン	0.5	49.4	—
使用性 (きしみ感のなさ)	++	++	—
使用性 (べたつき感のなさ)	++	±	++
かさつき抑制効果	++	++	—
容器への汚れ付着抑制効果	++	—	++

### 製法

成分 (3) ~ (9) を混合、溶解した油相を成分 (1) の粉末に加え、混合、攪拌し、容器に充填した。なお、実施例 I-1 の (b) 成分の表面張力値は  $2.7 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。

表 I-1 の結果より明らかなように、実施例 I-1 の粉末状化粧料は、かさつき抑制効果があり、かつ、きしみ感、べたつき感がなく、きわめて良好な使用性を示し、また容器への汚れもみられなかった。

### 実施例 I-2 及び比較例 I-3

下記表 I-2 に示す組成を用いて、粉末状化の可否について目視により評価した。なお、表 I-2 中、フッ素処理セリサイト<sup>(\*)</sup> は、ペルフルオロアルキルリン酸エステルと、ブチルアクリレート／ペルフルオロアルキルエチルアクリレート／メルカプトプロピルジ

メチコンコポリマーと、ペルフルオロアルキルエチルアクリレート／HEMAコポリマーをセリサイト表面に処理した、「NFPセリサイト」（ダイキン工業（株）製）を用いた。また、ジメチルシリコン<sup>(\*\*)</sup>は「シリコンKF96A-6」（東レシリコン（株）製）を用いた。結果を表I-2に示す。

表 I - 2

配合成分	実施例 I-2	比較例 I-3
(1) フッ素処理セリサイト <sup>(*)</sup>	35	35
(2) ジメチルシリコン <sup>(**)</sup>	—	64.8
(3) ホホバオイル	64.8	—
(4) ビタミンAアセテート	0.05	0.05
(5) ジブチルヒドロキシトルエン	0.05	0.05
(6) ブチルパラベン	0.1	0.1
油性成分の表面張力値 (N/m)	$3.2 \times 10^{-2}$	$1.9 \times 10^{-2}$
粉末状化	+	± (粉末状化できず)

### 製法

成分 (2) ～ (6) を混合、溶解し、これを成分 (1) に加え、混合、攪拌し、容器に充填した。

表 I - 2 の結果より明らかなように、比較例 I - 3 では油分の表面張力値が低く、粉末状化できなかった。

### 実施例 I - 3 及び比較例 I - 4

下記表 I - 3 に示す組成を用いて、粉末状化の可否について目視により評価した。なお、表 I - 3 中、フッ素処理酸化チタン<sup>(\*)</sup> は、ペルフルオロアルキルリン酸エステルとアクリレート／ジメチコンコポリマーを酸化チタン表面に処理した「FSA-52 チタン

CR-50」(大東化成工業(株)製)を用いた。また、ジメチルシリコーンオイル処理無水ケイ酸<sup>(\*\*)</sup>は「アエロジルR202」(日本アエロジル(株)製; 表面積  $100 \text{ m}^2 / \text{g}$ )を用いた。結果を表I-3に示す。

表 I - 3

配合成分	実施例 I-3	比較例 I-4
(1) フッ素処理酸化チタン <sup>(*)</sup>	40	—
(2) ジメチルシリコーンオイル処理無水ケイ酸 <sup>(**)</sup>	—	40
(3) マカデミアナッツ油	35	35
(4) オクチルメトキシシンナメート	20	20
(5) 1, 3-ブチレングリコール	5	5
粉末状化	+	— (粉末状化できず)

### 製法

成分(3)～(5)を均一混合した。次いで、これを成分(1)又は成分(2)に混合、攪拌し、容器に充填した。

表I-3の結果より明らかなように、比較例I-4のように、フッ素処理していない粉末は、油分を粉末状化できなかった。また、油分の表面張力にあまり影響しない範囲で、油分に溶解する保湿剤等の成分を加えることもできる。なお、実施例I-3の(b)成分の表面張力値は  $3.3 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。

### 実施例 I - 4 及び I - 5

下記表I-4に示す組成で粉末状化粧料を調製した。上記試験方法により、実施例I-4及びI-5の使用性(きしみ感のなさ)、使用性(べたつき感のなさ)、かさつき抑制効果、容器への汚れ付

着抑制効果を評価した。なお、表 I - 4 中、フッ素処理タルク<sup>(\*)</sup>は「ノバテック N F P タルク」（ダイキン工業（株）製）を、フッ素処理マイカ<sup>(\*\*)</sup>は「P F - 5 マイカ M J V」（大東化成工業（株）製）を、それぞれ用いた。結果を表 I - 4 に示す。

表 I - 4

配合成分	実施例 I-4	実施例 I-5
(1) フッ素処理タルク <sup>(*)</sup>	46.8	36.8
(2) フッ素処理マイカ <sup>(**)</sup>	—	10
(3) ワセリン	3	3
(4) マカデミアナッツ油	50	50
(5) ジブチルシリコン	0.2	0.2
油性成分の表面張力値 (N/m)	$2.7 \times 10^{-2}$	$2.7 \times 10^{-2}$
使用性の評価 (きしみ感のなさ)	+	++
使用性の評価 (べたつき感のなさ)	++	++
かさつき抑制効果	++	++
容器への汚れ付着抑制効果	++	++

### 製法

成分 (3) ~ (5) を混合、溶解し、これを成分 (1) 及び (2) に加え、混合、攪拌し、容器に充填した。

表 I - 4 の結果より明らかなように、フッ素処理した粘土鉱物粉末を用いた粉末状化粧料では、きしみ感、べたつき感がなく、かさつき抑制効果に優れ、かつ、容器への汚れ付着抑制効果にも優れていた。また、油性成分を高配合することができた。

### 実施例 I - 6

下記表 I - 5 に示す組成で粉末状組成物を調製した。上記試験方法により、実施例 I - 6 の使用性 (べたつき感のなさ)、容器への

汚れ付着抑制効果を評価した。なお、表 I - 5 中、フッ素処理微粒子酸化チタン<sup>(\*)</sup> は「ノバテック N F P T i O<sub>2</sub>」(ダイキン工業(株)製)を用いた。結果を表 I - 5 に示す。

表 I - 5

配合成分	実施例 I-6
(1) フッ素処理微粒子酸化チタン <sup>(*)</sup>	77
(2) ワセリン	3
(3) マカデミアナッツ油	20
油性成分の表面張力値 (N/m)	$3.0 \times 10^{-2}$
使用性の評価 (べたつき感のなさ)	++
容器への汚れ付着抑制効果	++

### 製法

成分 (2) ~ (3) を混合、溶解し、これを成分 (1) に加え、混合、攪拌し、容器に充填した。

表 I - 5 に示すように、被処理粉末成分として非粘土鉱物を用いた場合、べたつき感のなさ、容器への汚れ付着抑制効果を得ることができたが、油性成分の配合量は、被処理粉末成分として粘土鉱物を用いた場合ほど高配合できなかった。

### 実施例 I - 7 : 保湿パウダー

配 合 成 分	質 量 %
フッ素処理セリサイト (「PF-5 エイトパール300S-A1」 ; 大東化成工業(株)製)	36.5
ビーズワックス	0.5
ワセリン	1
スクワラン	40
テトラオクタン酸ペンタエリスリチル	22



評価

上記組成の保湿パウダーを調製した。このパウダーの油性成分の表面張力値は  $2.6 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。このパウダーを用いて、上記試験方法により、使用性（きしみ感のなさ）、使用性（べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、容器への汚れ付着抑制効果を評価したところ、

使用性（きしみ感のなさ）：++

使用性（べたつき感のなさ）：++

かさつき抑制効果：++

容器への汚れ付着抑制効果：++

であった。

実施例 I - 8：化粧下地

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
フッ素処理セリサイト	37
（「PF-5 エイトパール300S-A1」；大東化成工業（株）製）	
花びら状酸化亜鉛	3
流動パラフィン	59
オクチルメトキシシンナメート	1

評価

上記組成の化粧下地を調製した。この化粧下地の油性成分の表面張力値は  $3.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。この化粧下地を用いて、上記試験方法により、使用性（きしみ感のなさ）、使用性（べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、容器への汚れ付着抑制効果を評価したところ、

使用性（きしみ感のなさ）：++

使用性（べたつき感のなさ）：++

かさつき抑制効果：++

容器への汚れ付着抑制効果：++  
であった。

#### 実施例 I - 9

下記表 I - 6 に示すフッ素処理粉末、金属処理・フッ素処理粉末を用いて、下記方法により撥油性、最大配合油分量を測定した。

#### 撥油性

各粉末をペレット状にし、その上から流動パラフィンを滴下した際の接触角を測定した。接触角が大きいほど撥油性に優れる。

#### 最大配合油性成分量

各粉末 1 g に対して、粉末状形態を維持し得る最大配合油性成分量（ここでは流動パラフィンを使用）を測定した。

なお、表 I - 6 中、フッ素処理タルク<sup>(\*)1</sup>は「P F - 5 タルク J A - 4 6 R」を、アルミナ処理フッ素処理タルク<sup>(\*)2</sup>は「P F - 5 タルク J A - 4 6 R - A L」を、フッ素処理セリサイト<sup>(\*)3</sup>は「P F - 5 セリサイト F S A」を、アルミナ処理フッ素処理セリサイト<sup>(\*)4</sup>は「P F - 5 エイトパール 3 0 0 S - A L」を、それぞれ用いた。また、亜鉛処理フッ素化処理セリサイト<sup>(\*)5</sup>、マグネシウム処理フッ素処理セリサイト<sup>(\*)6</sup>、バリウムフッ素処理セリサイト<sup>(\*)7</sup>、ジルコニウム処理フッ素処理セリサイト<sup>(\*)8</sup>は、それぞれ、 $ZnSO_4$ 、 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 、 $BaCl_2 \cdot 6H_2O$ 、 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ を用いてセリサイト表面を金属処理した後に、フッ化処理を行った粉末を用いた。結果を表 I - 6 に示す。

表 I - 6

配合成分	撥油性 (接触角)	最大配合油性成分 量(対粉末 1 g)
フッ素処理タルク(*1)	108°	1.6 g
アルミナ処理フッ素処理タルク(*2)	143°	2.4 g
フッ素処理セリサイト(*3)	119°	2.1 g
アルミナ処理フッ素処理セリサイト (*4)	150°	3.6 g
亜鉛処理フッ素処理セリサイト(*5)	138°	3.0 g
マグネシウム処理フッ素処理セリサ イト(*6)	148°	3.4 g
バリウムフッ素処理セリサイト(*7)	143°	3.2 g
ジルコニウム処理フッ素処理セリサ イト(*8)	151°	3.6 g

表 I - 6 の結果から明らかなように、金属処理を施すことによって撥油性が顕著に向上し、また、粉末に内包することができる油分量が大きく増加することがわかる。

#### 実施例 I - 10 ~ I - 13

下記表 I - 7 に示す組成で粉末状組成物を調製した。上記試験方法により、実施例 I - 10 ~ I - 13 の使用性（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、耐衝撃性を評価した。なお、表 I - 7 中、フッ素処理セリサイト(\*) は「P F - 5 セリサイト F S A」（大東化成工業（株）製）を、アルミナ処理フッ素処理セリサイト(\*\*) は「P F - 5 エイトパール 300 S - A L」を、それぞれ用いた。結果を表 I - 7 に示す。

表 I - 7

配合成分	実施例I-10	実施例I-11	実施例I-12	実施例I-13
(1) フッ素処理セリサイト <sup>(*)</sup>	50	—	30	—
(2) アルミナ処理フッ素処理セリサイト <sup>(**)</sup>	—	50	—	30
(3) ホホバオイル	49	49	69	69
(4) 油溶性カンゾウエキス	1	1	1	1
使用性 (きしみ感のなさ)	+	+	++	++
使用性 (べたつき感のなさ)	++	++	+	+
かさつき抑制効果	+	+	++	++
衝撃安定性 (耐衝撃性)	++	++	+	++

製法

成分 (3) ~ (4) を混合、溶解し、これを成分 (1) 又は (2) に加え、混合、攪拌し、容器に充填した。

表 I - 7 から明らかなように、本発明粉末状組成物は、使用性 (きしみ感のなさ、べたつき感のなさ)、かさつき抑制効果等とともに、優れた衝撃安定性 (耐衝撃性) 効果を有する。特に金属処理を行ったフッ素化処理粉末を用いると、内包油分量を多量配合した場合であっても極めて優れた衝撃安定性が得られる。

実施例 I - 14 : アイシャドウ

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
アルミナ処理フッ素処理セリサイト	10
(「PF-5 エイトパール300S-A1」 ; 大東化成工業 (株) 製)	
アルミナ処理フッ素処理マイカ	30
フッ素処理タルク	5
フッ素処理ポリエチレン	3

フッ素処理酸化チタン	3
黄酸化鉄	0.8
ベンガラ	0.5
赤酸化鉄	0.7
パール剤	8
流動パラフィン	3.8
オクチルメトキシシンナメート	1

### 評価

上記組成の化粧下地を調製した。この化粧下地の油性成分の表面張力値は  $3.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。この化粧下地を用いて、上記試験方法により、使用性（きしみ感のなさ）、使用性（べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、容器への汚れ付着抑制効果、衝撃安定性（耐衝撃性）を評価したところ、

使用性（きしみ感のなさ）：＋

使用性（べたつき感のなさ）：++

かさつき抑制効果：＋

容器への汚れ付着抑制効果：++

衝撃安定性（耐衝撃性）：++

であった。さらに、肌への密着力も優れていた。

### 実施例 I - 15：粉末状香水

<u>配 合 成 分</u>	<u>質量%</u>
アルミナ処理フッ素処理マイカ	3.0
アルミナ処理フッ素処理セリサイト	1.5
フッ素処理 PMMA 粉末	4
疎水化でんぷん	1
スクワラン	4.5
香料	5

評価

上記組成の粉末状香水を調製した。この粉末状香水の油性成分の表面張力値は  $2.5 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。上記粉末状香水は、アルコールフリーでありながらべたつかず、かつ手に取ってピンポイントで香料を塗布できる特徴を有していた。

実施例 I - 16 : 粉末状サンスクリーン

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
アルミナ処理フッ素処理酸化チタン	10
アルミナ処理フッ素処理マイカ	10
アルミナ処理フッ素処理セリサイト	20
フッ素処理酸化亜鉛	10
フッ素処理シリコーン樹脂	3
オクタン酸セチル	17
オクチルメトキシシンナメート	30

上記組成の粉末状サンスクリーンを調製した。この粉末状サンスクリーンの油性成分の表面張力値は  $2.5 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。該粉末状サンスクリーンを用いて、上記試験方法により、使用性（きしみ感のなさ）、使用性（べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、容器への汚れ付着抑制効果、衝撃安定性（耐衝撃性）を評価したところ、

使用性（きしみ感のなさ）：++

使用性（べたつき感のなさ）：++

かさつき抑制効果：++

容器への汚れ付着抑制効果：++

衝撃安定性（耐衝撃性）：++

であった。さらに、肌への密着力も優れていた。

実施例 I - 17 : 粉末状部分用メイク落とし

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
アルミナ処理フッ素処理セリサイト	4 0
テトラオクタン酸ペンタエリスリチル	2 5
オクタン酸セチル	2 0
メチルフェニルポリシロキサン	5
イソノナン酸イソノニル	2
ジイソステアリン酸ポリエチレングリコール	2
モノステアリン酸ポリエチレングリコール	1

上記組成の粉末状部分メーク落しを調製した。この粉末状部分メーク落しの油性成分の表面張力値は  $2.3 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。この粉末状部分メーク落しは、オイルクレンジング基剤を粉末中に内包した製剤であるため、メーク落ち効果が高く、かつ従来のオイルクレンジングのように垂れ落ちることなく手に取ってピンポイントで塗布することができる特長を有していた。また界面活性剤を含有しているため、水での洗い流しも可能であった。

#### 実施例 I - 18 : 粉末状絵具

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
フッ素処理セリサイト	2 5
酸化鉄（赤）	2 5
流動パラフィン	5 0

#### 評価

上記組成の粉末状絵具を調製した。この絵具の油性成分の表面張力値は  $2.95 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。この絵具を用いて、紙に塗擦したところ、ペイントすることができた。

#### 粉末 A ~ C

下記の表 II - 1 に示す組成の粉末パーツを用意した。なお、表 II - 1 中、フッ素処理タルク(\*) は「P F - 5 J A 4 6 R」（大東

化成工業（株）製）を用いた。また、フッ素処理セリサイト<sup>(\*\*)</sup>は「エイトパール AL-300S」（大東化成工業（株）製）を用いた。

表 II - 1

配合成分	粉末 A	粉末 B	粉末 C
フッ素処理タルク <sup>(*)</sup>	20	20	—
フッ素処理セリサイト <sup>(**)</sup>	80	70	—
無水シリカ	—	—	100
微粒子酸化チタン	—	10	—

#### 油中水型乳化組成物（W／O）A～E

下記表 II - 2 に示す組成で油中水型乳化組成物（W／O）A～E を調製した。すなわち、成分（1）～（5）の中からそれぞれ用いる成分を混合、溶解した（油相）。一方、これとは別に成分（6）～（9）の中からそれぞれ用いる成分を混合、溶解した（水相）。次いで水相を油相に徐々に添加しながら乳化物を調製した。



表 II - 2

配合成分	W/O A	W/O B	W/O C	W/O D	W/O E
(1)流動パラフィン	60	55	—	10	36
(2)ワセリン	10	10	—	1.7	—
(3)ジメチルシリコーン	—	5	70	—	—
(4)ジイソステアリン酸ポリグリセリル	10	8	—	5	6
(5)ジメチコンポリオール	—	2	10	—	—
(6)イオン交換水	to 100	to 100	to 100	to 100	to 100
(7)塩化ナトリウム	1	1	1	1	1
(8)1, 3 - ブチレングリコール	4	4	4	4	4
(9)防腐剤	適 量	適 量	適 量	適 量	適 量
外相（油相）の表面張力値（N/m）	$2.83 \times 10^{-2}$	$2.21 \times 10^{-2}$	$1.9 \times 10^{-2}$	$2.83 \times 10^{-2}$	$3.0 \times 10^{-2}$

## 実施例 II - 1 ~ II - 6 及び比較例 II - 1 ~ II - 4

下記表 II - 3 及び II - 4 に示すように、表 II - 1 に示す粉末パーツと、表 II - 2 に示す油中水型乳化組成物を混合、攪拌して、粉末状化粧料を調製した。上記試験方法により、実施例 II - 1 ~ II - 6、比較例 II - 1 ~ II - 4 の使用性（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ、みずみずしさ）、容器への汚れ付着抑制効果を評価した。結果を表 II - 3 及び II - 4 に示す。

表 II - 3

配合成分	実施例 II - 1	実施例 II - 2	実施例 II - 3	実施例 II - 4	実施例 II - 5
粉末 A	35	35	—	—	70
粉末 B	—	—	35	35	—
粉末 C	—	—	—	—	—
W/O A	65	—	65	—	30
W/O B	—	65	—	65	—
W/O C	—	—	—	—	—
W/O D	—	—	—	—	—
W/O E	—	—	—	—	—
粉末状化	+	+	+	+	+
きしみ感のなさ	++	++	++	++	+
べたつき感のなさ	++	++	++	++	++
みずみずしさ	+	+	+	+	+
容器への汚れ付着抑制効果	++	++	++	++	++

表 II - 4

配合成分	実施例 II - 6	比較例 II - 1	比較例 II - 2	比較例 II - 3
粉末 A	35	35	35	—
粉末 B	—	—	—	—
粉末 C	—	—	—	35
W/O A	—	—	—	65
W/O B	—	—	—	—
W/O C	—	65	—	—
W/O D	—	—	65	—
W/O E	65	—	—	—
粉末状化	+	—	—	—
きしみ感のなさ	++	試験せず	試験せず	試験せず
べたつき感のなさ	++	試験せず	試験せず	試験せず
みずみずしさ	++	試験せず	試験せず	試験せず
容器への汚れ付着	++	試験せず	試験せず	試験せず
抑制効果	++	試験せず	試験せず	試験せず

表 II - 3 及び II - 4 の結果から明らかなように、実施例品はいずれも粉末状化でき、使用性（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ、みずみずしさ）に優れるものであった。また、容器への汚れの付着もみられなかった。なお、実施例 II - 3 及び II - 4 に示すように、フッ素処理粉末のほかに、非フッ素処理粉末を配合してもよい。また、前述したように、油性成分全体の表面張力値が  $2.0 \times 10^{-2}$  N/m 以上を保つような少量であれば、シリコーン油や炭化フッ素油等の表面張力値の小さい油分を用いても本発明の所望の効果を得ることができる。

実施例Ⅲ－１及び比較例Ⅲ－１

下記表Ⅲ－１に示す組成で粉末状化粧料（実施例Ⅲ－１）、油性化粧料（比較例Ⅲ－１）を調製した。上記試験方法により、実施例Ⅲ－１及び比較例Ⅲ－１の使用性（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果、容器への汚れ付着抑制効果の各評価、不安定成分の残存率の測定を行った。なお、表Ⅲ－１中、フッ素処理セリサイト(\*)は、「PF－５ エイトパール ３００Ｓ－ＡＬ」（大東化成工業（株）製）を用いた。結果を表Ⅲ－１に示す。

表Ⅲ－１

配合成分	実施例Ⅲ－１	比較例Ⅲ－１
(１) フッ素処理セリサイト(*)	40	—
(２) 顔料	13	—
(３) マカデミアナッツ油	40	95
(４) ワセリン	6	4
(５) レチノール	0.5	0.5
(６) Ｌ－アスコルビン酸	0.5	0.5
使用性（きしみ感のなさ）	++	
使用性（べたつき感のなさ）	++	—
かさつき抑制効果	++	++
レチノール残存率（50℃、２週間。質量％）	27	10
Ｌ－アスコルビン酸残存率（50℃、２週間。質量％）	98	98
容器への汚れ付着抑制効果	++	—

製法

実施例Ⅲ－１においては、成分（３）～（５）を50℃に加熱し、混合した油相を、成分（１）、（２）及び（６）の微粉末を均一

分散した粉末に加え、混合、撈拌し、容器に充填した。実施例Ⅲ－１の油性成分の表面張力値は  $3.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。

比較例Ⅲ－１においては、成分（３）～（５）を  $50^\circ\text{C}$  に加熱し、混合した油相を、成分（６）の微粉末を均一分散した粉末に加え、混合、撈拌し、容器に充填した。

表Ⅲ－１の結果より明らかなように、実施例Ⅲ－１の粉末状化粧料は、比較例Ⅲ－１の油性化粧料に比べて良好な使用性を有し、かつ配合された不安定薬剤（特に油溶性薬剤であるレチノール）の安定性にも優れていた。また容器への汚れの付着もみられなかった。

#### 実施例Ⅲ－２ 美白パウダー

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
（１）フッ素処理マイカ	10
（２）フッ素処理セリサイト	30
（３）靈芝粉末	0.1
（４）アルブチン	0.05
（５）ワセリン	2.2
（６）スクワラン	8.6
（７）テトラオクタン酸ペンタエリスリチル	47.3
（８）ビーズワックス	1.1
（９）レチノール	0.65

#### 製法

均一溶解した成分（５）～（９）を、均一分散した成分（１）、（２）及び成分（３）、（４）の微粉末中に混合し、粉末状化粧料を調製した。実施例Ⅱ－２の油性成分の表面張力値は  $2.6 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  であった。

実施例Ⅱ－２の美白パウダーは、使用感（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果に優れ、不安定薬剤成分の保存

安定性にも優れるものであった。また容器への汚れの付着もみられなかった。

### 実施例Ⅲ－３ 保湿パウダー

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
(１) フッ素処理窒化ホウ素	5
(２) フッ素処理セリサイト	30
(３) ヒアルロニダーゼ	0.05
(４) 尿素	5
(５) マカデミアナッツ油	20
(６) 流動パラフィン	34.4
(７) $\beta$ -カロチン	0.05
(８) セラミド	0.5
(９) ダイナマイトグリセリン	5

### 製法

均一溶解した成分(５)～(９)を、均一分散した成分(１)、(２)及び成分(３)、(４)の微粉末中に混合し、粉末状化粧料を調製した。実施例Ⅲ－３の油性成分の表面張力値は $3.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ であった。

実施例Ⅲ－３の保湿パウダーは、使用感(きしみ感のなさ、べたつき感のなさ)、かさつき抑制効果に優れ、不安定薬剤成分の保存安定性にも優れるものであった。また容器への汚れの付着もみられなかった。

### 実施例Ⅲ－４ 美白・サンケアパウダー

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
(１) フッ素処理カオリン	5
(２) フッ素処理セリサイト	30
(３) 微粒子酸化チタン	5

(4) アスコルビン酸グリコシド	3
(5) グルタチオン	0.1
(6) オクチルメトキシシンナメート	20
(7) ホホバオイル	36.4
(8) ビタミンE アセテート	0.5

#### 製法

均一溶解した成分(6)～(8)を、均一分散した成分(1)～(3)及び成分(4)、(5)の微粉末中に混合し、粉末状化粧料を調製した。実施例Ⅲ-4の油性成分の表面張力値は $3.3 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ であった。

実施例Ⅲ-4の美白・サンケアパウダーは、使用感(きしみ感のなさ、べたつき感のなさ)、かさつき抑制効果に優れ、不安定薬剤成分の保存安定性にも優れるものであった。また容器への汚れの付着もみられなかった。

#### 実施例Ⅲ-5 水虫パウダー

<u>配 合 成 分</u>	<u>質 量 %</u>
(1) フッ素処理カオリン	10
(2) フッ素処理セリサイト	33
(3) 塩化ベンザルコニウム	3
(4) ワセリン	3
(5) マカデミアナッツ油	50
(6) ジメチルシリコン	0.2
(7) ビタミンE アセテート	0.2
(8) 銀ゼオライト	0.6

#### 製法

均一溶解した成分(4)～(7)を、均一分散した成分(1)、(2)及び成分(3)、(8)の微粉末中に混合し、粉末状化粧料

を調製した。実施例Ⅲ－５の油性成分の表面張力値は $3.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$ であった。

実施例Ⅲ－５の水虫パウダーは、使用感（きしみ感のなさ、べたつき感のなさ）、かさつき抑制効果に優れ、不安定薬剤成分の保存安定性にも優れるものであった。また容器への汚れの付着もみられなかった。

#### 産業上の利用可能性

本発明の粉末状組成物は、粉末状形態でありながら、使用時塗擦によって液化し、使用中にべたつきを感じさせず、皮膚のかさつきを抑制することができ、しかも油分リッチな製剤でありながら容器へ油分や汚れ等の付着を有効に防止することができ、またみずみずしい感触が付与され、衝撃安定性にも優れ、新しいタイプの粉末状組成物として広く利用が可能である。更に、本発明によれば、油分リッチで肌のかさつきを抑える効果が高い製剤でありながら、肌に塗布する際、べたつきのない使用性に優れた化粧料であり、かつ、長期間連用しても収容容器に油分が付着せず使い勝手が良好であるとともに、さらに、光、酸素、水等の存在下で容易に分解、変質するなど不安定な成分を配合した場合でもこれら成分を安定に配合し、それらの機能を十分に発揮し得るという、新しいタイプの粉末状化粧料が提供される。本発明の粉末状組成物は、特に、粉末状化粧料、粉末状絵具等として好適に適用される。



請 求 の 範 囲

1. (a) フッ素処理粉末と (b) 表面張力値 (平均)  $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  以上の油性成分を含み、かつ実質的に水を含まない、塗擦により液化する粉末状組成物。

2. (a) 成分が粘土鉱物表面をフッ素処理したフッ素処理粉末である請求項 1 に記載の粉末状組成物。

3. (a) 成分が、粘土鉱物表面を金属水酸化物又は金属塩の水和物、一部脱水物及び無水物の中から選ばれる少なくとも 1 種のゲルで表面処理した後に、フッ素処理したフッ素処理粉末である、請求項 1 に記載の粉末状組成物。

4. 粘土鉱物がタルク、カオリン、無水ケイ酸、サポナイト、セリサイト、マイカ、窒化ホウ素の中から選ばれる少なくとも 1 種である、請求項 2 又は 3 に記載の粉末状組成物。

5. (a) 成分 : (b) 成分 = 1 : 9 ~ 4 : 1 (質量比) である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の粉末状組成物。

6. 粉末状化粧料である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の粉末状組成物。

7. 粉末状絵具である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の粉末状組成物。

8. (a) フッ素処理粉末と (b) 油中水型乳化組成物の少なくとも 1 種を含み、塗擦により液化する粉末状化粧料。

9. (a) 成分が粘土鉱物表面をフッ素処理したフッ素処理粉末である請求項 8 に記載の粉末状化粧料。

10. (b) 成分を構成する外相 (油相) の表面張力値 (平均) が  $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  以上である請求項 8 又は 9 に記載の粉末状化粧料。

11. (a) 成分 : (b) 成分 = 1 : 9 ~ 4 : 1 (重量比) である請求項 8 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の粉末状化粧品。

12. (a) フッ素処理粉末と (b) 表面張力値 (平均)  $2.0 \times 10^{-2} \text{ N/m}$  以上の油性成分と (c) 光、酸素、水のいずれかの存在下で不安定な成分とを含有し、塗擦により液化する粉末状化粧品。

13. (a) 成分が粘土鉱物表面をフッ素処理したフッ素処理粉末である請求項 12 に記載の粉末状化粧品。

14. (c) 成分が美白剤、抗炎症剤、保湿剤、血行促進剤・育毛剤、抗菌剤、ホルモン剤、ビタミン類、酵素、抗酸化剤、動植物抽出剤の中から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 12 又は 13 に記載の粉末状化粧品。

15. (c) 成分を 0.001 ~ 10 重量% 含む請求項 12 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の粉末状化粧品。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/06859

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> A61K7/00, 7/02, C09D5/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> A61K7/00, 7/02, C09D5/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-309506 A (Shiseido Co., Ltd.), 07 November, 2000 (07.11.00), Full text (Family: none)	1-15
A	JP 2000-309505 A (Shiseido Co., Ltd.), 07 November, 2000 (07.11.00), Full text (Family: none)	1-15
A	JP 2000-247823 A (Shiseido Co., Ltd.), 12 September, 2000 (12.09.00), Full text (Family: none)	1-15

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
08 October, 2002 (08.10.02)Date of mailing of the international search report  
29 October, 2002 (29.10.02)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/06859

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2000-264813 A (Kose Corp.), 26 September, 2000 (26.09.00), Full text (Family: none)	8, 9 1-7, 10-15
X Y	JP 11-130614 A (Kose Corp.), 18 May, 1999 (18.05.99), Full text (Family: none)	8, 9 1-7, 10-15
X Y	EP 855177 A2 (Kose Corp.), 29 July, 1998 (29.07.98), Full text & JP 10-265367 A & US 6126926 A & CA 2226996 A & CN 1194824 A & KR 98070544 A	8, 9 1-7, 10-15
X Y	JP 06-211620 A (Kose Corp.), 02 August, 1994 (02.08.94), Full text (Family: none)	8, 9 1-7, 10-15
X Y	JP 05-65212 A (Kose Corp.), 19 March, 1993 (19.03.93), Full text (Family: none)	8, 9 1-7, 10-15
X Y	JP 2001-158716 A (Kose Corp.), 12 June, 2001 (12.06.01), Full text (Family: none)	8, 9 1-7, 10-15
E, X	WO 02/56844 A1 (Shiseido Co., Ltd.), 25 July, 2002 (25.07.02), Full text (Family: none)	1-15
A	JP 2000-256583 A (Kabushiki Kaisha Sakura Paresu), 19 September, 2000 (19.09.00), Full text (Family: none)	1-15
A	JP 4-9323 A (Kose Cosmetic Co., Ltd.), 14 January, 1992 (14.01.92), Full text (Family: none)	1-15

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> A61K7/00, 7/02, C09D5/06

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> A61K7/00, 7/02, C09D5/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-309506 A (株式会社資生堂) 2000.11.07 全文 (ファミリーなし)	1-15
A	JP 2000-309505 A (株式会社資生堂) 2000.11.07 全文 (ファミリーなし)	1-15
A	JP 2000-247823 A (株式会社資生堂) 2000.09.12 全文 (ファミリーなし)	1-15

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08.10.02

国際調査報告の発送日

29.10.02

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

鶴見 秀紀



4C 8415

電話番号 03-3581-1101 内線 3452

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 2000-264813 A (株式会社コーセー) 2000.09.26 全文 (ファミリーなし)	8,9 1-7, 10-15
X Y	JP 11-130614 A (株式会社コーセー) 1999.05.18 全文 (ファミリーなし)	8,9 1-7, 10-15
X Y	EP 855177 A2 (KOSE CORPORATION) 1998.07.29 全文 &JP 10-265367 A &US 6126926 A &CA 2226996 A &CN 1194824 A &KR 98070544 A	8,9 1-7, 10-15
X Y	JP 06-211620 A (株式会社コーセー) 1994.08.02 全文 (ファミリーなし)	8,9 1-7, 10-15
X Y	JP 05-65212 A (株式会社コーセー) 1993.03.19 全文 (ファミリーなし)	8,9 1-7, 10-15
X Y	JP 2001-158716 A (株式会社コーセー) 2001.06.12 全文 (ファミリーなし)	8,9 1-7, 10-15
EX	WO 02/56844 A1 (SHISEIDO COMPANY, LTD) 2002.07.25 全文 (ファミリーなし)	1-15
A	JP 2000-256583 A (株式会社サクラパレス) 2000.09.19 全文 (ファミリーなし)	1-15
A	JP 4-9323 A (株式会社小林コーセー) 1992.01.14 全文 (ファミリーなし)	1-15